

PATENT
8012-1209

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of: Toshinao ARAI et al.

Conf.:

Appl. No.:

Group:

Filed: September 9, 2003

Examiner:

Title: SOLUTION CASTING PROCESS FOR PRODUCING
POLYMER FILM

CLAIM TO PRIORITY

Assistant Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

September 9, 2003

Sir:

Applicant(s) herewith claim(s) the benefit of the
priority filing date of the following application(s) for the
above-entitled U.S. application under the provisions of 35
U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55:

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	2002-264312	September 10, 2002

Certified copy(ies) of the above-noted application(s)
is(are) attached hereto.

Respectfully submitted,

YOUNG & THOMPSON



Robert J. Patch, Reg. No. 17,355

745 South 23rd Street
Arlington, VA 22202
Telephone (703) 521-2297

RJP/ia

Attachment(s): 1 Certified Copy(ies)

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 9月10日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-264312

[ST.10/C]:

[JP2002-264312]

出 願 人

Applicant(s):

富士写真フイルム株式会社

2003年 4月18日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3026272

【書類名】 特許願

【整理番号】 P20020910B

【提出日】 平成14年 9月10日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B29D 7/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 新井 利直

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 山崎 英数

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 池田 仁

【特許出願人】

【識別番号】 000005201

【氏名又は名称】 富士写真フイルム株式会社

【代理人】

【識別番号】 100075281

【弁理士】

【氏名又は名称】 小林 和憲

【電話番号】 03-3917-1917

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011844

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】	明細書	1
【物件名】	図面	1
【物件名】	要約書	1
【プルーフの要否】	要	

【書類名】 明細書

【発明の名称】 溶液製膜方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、

前記支持体の表面温度を -10°C 以下にすることを特徴とする溶液製膜方法。

【請求項 2】 前記支持体が回転ドラムであって、

前記回転ドラム内部に流路を設けて、

前記流路内に不凍性熱媒体を流すことを特徴とする請求項 1 記載の溶液製膜方法。

【請求項 3】 前記不凍性熱媒体にグリコール系冷媒、フッ素系冷媒、アルコール系冷媒のうち少なくとも 1 つを用いることを特徴とする請求項 2 記載の溶液製膜方法。

【請求項 4】 前記支持体の材質に低温脆性材料を用いることを特徴とする請求項 1 ないし 3 いずれか 1 つ記載の溶液製膜方法。

【請求項 5】 前記低温脆性材料に、SUS 材、SLA 材、STPL 材のうち少なくとも 1 つを用いることを特徴とする請求項 4 記載の溶液製膜方法。

【請求項 6】 前記ビード背面に第 1 ガスを送風し、前記ビードが前記支持体に着地する近傍の溶媒ガス濃度を低下させ、露点を前記支持体温度より 1°C 以上低くすることを特徴とする請求項 1 ないし 5 いずれか 1 つ記載の溶液製膜方法。

【請求項 7】 ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、

前記ビード背面に第 1 ガスを送風し、前記ビードが前記支持体に着地する近傍の溶媒ガス濃度を低下させ、露点を前記支持体温度より 1°C 以上低くすることを特徴とする溶液製膜方法。

【請求項 8】 前記第 1 ガスに、窒素、ヘリウムのうち少なくともいずれか

を用いることを特徴とする請求項 6 または 7 記載の溶液製膜方法。

【請求項 9】 前記第 1 ガスの風速を $0.5 \text{ m/s} \sim 2 \text{ m/s}$ の範囲とすることを特徴とする請求項 6 ないし 8 いずれか 1 つ記載の溶液製膜方法。

【請求項 10】 前記支持体の走行方向であって、

前記ゲル膜を剥ぎ取った線と前記ビードが着地した線との間の無ゲル膜面に第 2 ガスを吹き付けて、前記無ゲル膜面の温度を上昇させることを特徴とする請求項 1 ないし 9 いずれか 1 つ記載の溶液製膜方法。

【請求項 11】 ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、

前記支持体の走行方向であって、

前記ゲル膜を剥ぎ取った線と前記ビードが着地した線との間の無ゲル膜面に第 2 ガスを吹き付けて、前記無ゲル膜面の温度を上昇させることを特徴とする溶液製膜方法。

【請求項 12】 前記第 2 ガスが、 $50^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$ の範囲のガスであることを特徴とする請求項 10 または 11 記載の溶液製膜方法。

【請求項 13】 溶媒ガスを凝縮回収する工程を含み、

前記工程で前記溶媒ガスを凝縮回収する際の温度を、フィルム表面温度より 1°C 以上低くすることを特徴とする請求項 1 ないし 12 いずれか 1 つ記載の溶液製膜方法。

【請求項 14】 ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、

溶媒ガスを凝縮回収する工程を含み、

前記工程で前記溶媒ガスを凝縮回収する際の温度を、フィルム表面温度より 1°C 以上低くすることを特徴とする溶液製膜方法。

【請求項 15】 前記支持体に冷媒を支持体回転軸から送る際に、前記支持体回転軸近傍の温度が露点以下とならないように、

第 3 ガスを前記支持体回転軸に吹き付けることを特徴とする請求項 1 ないし 1

4 いずれか 1 つ記載の溶液製膜方法。

【請求項 1 6】 ポリマーと溶媒とを含むドーブを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、

前記支持体に冷媒を支持体回転軸から送る際に、前記支持体回転軸近傍の温度が露点以下とならないように、

第 3 ガスを前記支持体回転軸に吹き付けることを特徴とする溶液製膜方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、溶液製膜方法に関し、更に詳しくは冷却流延法を用いた溶液製膜方法に関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

溶液製膜方法により製造されるセルロースアシレートフィルム（以下、TACフィルムと称する）は、液晶ディスプレイや感光材料に用いられている。特に液晶ディスプレイに用いられるTACフィルムは液晶ディスプレイ市場の需要増に伴い、大幅な流延速度の向上、フィルムの薄手化といったことが求められている。ところで、TACフィルムは、TACをジクロロメタンを主溶媒とした混合溶媒（以下、ジクロロメタン系溶媒と称する）に溶解し、そのポリマー溶液（以下、ドーブと称する）を支持体上に流延してゲル膜を形成させる。その後、ゲル膜が自己支持性を有するまで支持体上で乾燥した後に、剥ぎ取ることでフィルムが製膜される溶液製膜方法により通常製造されている。

【 0 0 0 3 】

また、近年、環境保護の点から、含塩素系溶媒であるジクロロメタンの使用量の抑制が強く言われている。そこで、環境に影響を比較的及ぼし難い酢酸メチルを主溶媒とする混合溶媒を用いられてきている。しかしながら、実験により検討した結果、酢酸メチルを主溶媒とする混合溶媒（以下、酢酸メチル系溶媒と称する）で調製したドーブは、ジクロロメタン系溶媒で調製したドーブと比較して冷

却によるゲル強度が発現しにくいことが分かった。このため、ドープを支持体に流延しても十分な自己支持性を有するゲル膜が得られない問題が生じていた。そこで、支持体を冷却することで支持体上に流延されたゲル膜のゲル化を進行させて、ゲル膜の剥ぎ取りを容易にする冷却流延法を用いた溶液製膜方法が知られている（例えば、特許文献 1 及び特許文献 2。）。

【0004】

【特許文献 1】

特開平 1 0 - 0 4 5 9 1 7 号公報

【特許文献 2】

特開 2 0 0 1 - 2 9 4 6 6 7 号公報

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、冷却流延法を用いても、冷却支持体上に流延して冷却ゲル化によりゲル膜が自己支持性を有した後に剥ぎ取る工程において、流延速度の向上、フィルムの薄手化に伴い、剥ぎ取りに必要なフィルム強度が低下する問題が生じていた。剥取時にフィルムの強度が不足すると、支持体表面にゲル膜の剥ぎ残りや剥取点の上昇といった搬送上の不安定が生じ、流延速度を速くすることに限界が生じていた。また、この場合に支持体を冷却するため支持体上に結露（なお、本発明においては、大気中の水蒸気が液化されて水滴が生じるときと、大気中の気化溶媒が再度液化されて付着するときの両方を併せて結露と称する）が生じる場合があり、連続運転に困難を伴う場合があった。

【0006】

本発明の目的は、酢酸メチル系溶媒を用いて調製されたドープから形成されたゲル膜を支持体から安定かつ連続的に剥ぎ取り、流延速度の向上、薄手のフィルムを得る溶液製膜方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、支持体表面を -10°C 以下の温度まで冷却することで支持体上にてドープのゲル化を促進し、剥ぎ取り時に必要なフィルム強度を増加させるこ

とが可能であることを見出した。さらに、支持体温度の低下によりポリマーの支持体に対する接着力を低下させ、フィルムを支持体から剥ぎ取りやすくする。また、支持体を低温に冷却することにより結露が生じる問題に関しては、支持体の表面温度を雰囲気中の溶媒ガス露点（本発明において、露点とは、大気中の水蒸気が水滴として液化する温度と、大気中の溶媒ガスが液化する温度とを併せて露点と称する）より高くし制御することにより防止することも見出した。

【 0 0 0 8 】

本発明の第 1 の溶液製膜方法は、ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、前記支持体の表面温度を -10°C 以下にする。また、前記支持体が回転ドラムであって、前記回転ドラム内部に流路を設けて、前記流路内に不凍性熱媒体を流すことが好ましい。さらに、前記不凍性熱媒体にグリコール系冷媒、フッ素系冷媒、アルコール系冷媒のうち少なくとも 1 つを用いることがより好ましい。前記支持体の材質に低温脆性材料を用いることが好ましい。また、前記低温脆性材料に、SUS 材、SLA 材、STPL 材のうち少なくとも 1 つを用いることがより好ましい。

【 0 0 0 9 】

前記第 1 の溶液製膜方法を行うときに、前記ローラを用いて前記ゲル膜を前記支持体から剥ぎ取る際のフィルム応力が 450000Pa 以上であることが好ましい。また、前記第 1 の溶液製膜方法を行うときに、前記ゲル膜を前記支持体から剥ぎ取る際に、前記支持体の周速度 V_0 と、前記ローラの周速度 V_1 との比を (V_1/V_0) を、 $1.001 \leq (V_1/V_0) \leq 1.5$ の範囲とすることが好ましい。本発明の第 2 の溶液製膜方法は、ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、前記ゲル膜を前記支持体から剥ぎ取る際に、前記支持体の周速度 V_0 と、前記ローラの周速度 V_1 との比 (V_1/V_0) を、 $1.001 \leq (V_1/V_0) \leq 1.5$ の範囲とする。また、前記第 1 又は前記第 2 の溶液製膜方法の

少なくともいずれかの方法を行うときに、前記支持体から前記ゲル膜が剥ぎ取られる位置と前記ローラと、のクリアランス $C1$ を、 $1\text{ mm} \leq C1 \leq 100\text{ mm}$ の範囲にしたものを用いることが好ましい。

【0010】

本発明の第3の溶液製膜方法は、ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、前記支持体から前記ゲル膜が剥ぎ取られる位置と前記ローラと、のクリアランス $C1$ を $1\text{ mm} \leq C1 \leq 100\text{ mm}$ の範囲にしたものを用いる。また、前記第1ないし前記第3の溶液製膜方法のうち少なくともいずれか1方法を行うときに、前記支持体と前記ドープとの表面エネルギー差を $3 \times 10^{-2} (\text{N/m})$ 以上とすることが好ましい。

【0011】

本発明の第4の溶液製膜方法は、ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、前記支持体と前記ドープとの表面エネルギー差を $3 \times 10^{-2} (\text{N/m})$ 以上とする。また、前記第1ないし前記第3の溶液製膜方法のうち少なくともいずれか1方法を行うときに、前記ビード背面に第1ガスを送風し、前記ビードが前記支持体に着地する近傍の溶媒ガス濃度を低下させ、露点を前記支持体温度より 1°C 以上低くすることが好ましい。

【0012】

本発明の第5の溶液製膜方法は、ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、前記ビード背面に第1ガスを送風し、前記ビードが前記支持体に着地する近傍の溶媒ガス濃度を低下させ、露点を前記支持体温度より 1°C 以上低くする。前記第1ガスに、窒素、ヘリウムのうち少なくともいずれかを用いることがより好ましい。また、前記第1ないし前記第4の溶液製膜方法のうち少なくともい

いずれか 1 方法を行うときに、前記ビード背面に第 1 ガスを送風し、前記ビードが前記支持体に着地する近傍の溶媒ガス濃度を低下させ、露点を前記支持体温度より 1℃以上低くすることが好ましい。さらに、前記第 1 ガスの風速を 0.5 m/s ～ 2 m/s の範囲とすることがより好ましい。

【 0 0 1 3 】

本発明の第 6 のポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、前記支持体の走行方向であって、前記ゲル膜を剥ぎ取った線と前記ビードが着地した線との間の無ゲル膜面に第 2 ガスを吹き付けて、前記無ゲル膜面の温度を上昇させる。また、前記第 1 ないし前記第 5 の溶液製膜方法のうち少なくともいずれか 1 方法を行うときに、前記支持体の走行方向であって、前記ゲル膜を剥ぎ取った線と前記ビードが着地した線との間の無ゲル膜面に第 2 ガスを吹き付けて、前記無ゲル膜面の温度を上昇させることが好ましい。さらに、前記第 2 ガスが、50℃～100℃の範囲のガスであることがより好ましい。

【 0 0 1 4 】

本発明の第 7 の溶液製膜方法は、ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、溶媒ガスを凝縮回収する工程を含み、前記工程で前記溶媒ガスを凝縮回収する際の温度を、フィルム表面温度より 1℃以上低くする。また、前記第 1 ないし前記第 6 の溶液製膜方法のうち少なくともいずれか 1 方法を行うときに、溶媒ガスを凝縮回収する工程を含み、前記工程で前記溶媒ガスを凝縮回収する際の温度を、フィルム表面温度より 1℃以上低くすることが好ましい。

【 0 0 1 5 】

本発明の第 8 の溶液製膜方法は、ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、前記支持体に冷媒を支持体回転軸から送る際に、前記支持体回転軸近傍

の温度が露点以下とならないように、第 3 ガスを前記支持体回転軸に吹き付ける。また、前記第 1 ないし前記第 7 の溶液製膜方法のうち少なくともいずれか 1 方法を行うときに、前記支持体に冷媒を支持体回転軸から送る際に、前記支持体回転軸近傍の温度が露点以下とならないように、第 3 ガスを前記支持体回転軸に吹き付けることが好ましい。

【 0 0 1 6 】

【発明の実施の形態】

〔溶媒〕

本発明の溶液製膜方法に用いられるドーブを調製するための溶媒は、公知のいずれの溶媒をも用いることができる。特に、メチレンクロライド（ジクロロメタン）などのハロゲン化炭化水素類、酢酸メチルなどのエステル類、エーテル類、アルコール類（例えば、メタノール、エタノール、n-ブタノールなど）、ケトン類（例えば、アセトンなど）などが好ましく用いられるが、これらに限定されるものではない。また、これら溶媒を複数混合させた溶媒からドーブを調製し、そのドーブからフィルムを製膜することもできる。特に、本発明においては酢酸メチルを主溶媒とした混合溶媒（酢酸メチル系溶媒）を用いることが好ましい。

【 0 0 1 7 】

〔ポリマー〕

本発明に用いられるポリマーは特に限定されるものではない。しかしながら、セルロースアシレートを用いることが好ましく、特に酢化度 59.0%～62.5%のセルローストリアセテート（TAC）を用いることがより好ましい。TAC から製膜された TAC フィルムを用いて構成された光学用フィルム、偏光板、液晶表示板は、光学特性の機能、寸法の安定性に特に優れている。

【 0 0 1 8 】

〔添加剤〕

ドーブには、公知の添加剤のいずれをも添加させること可能である。添加剤としては、可塑剤（例えば、トリフェニルフォスフェート（以下、TPP と称する））、ビフェニルジフェニルフォスフェート（以下、BDP と称する）など）、紫

外線吸収剤（例えば、オキシベンゾフェノン系化合物、ベンゾトリアゾール系化合物など）、二酸化ケイ素などのマツト剤、増粘剤、オイルゲル化剤などが挙げられるがこれらに限定されるものではない。これらの添加剤は、ドーブを調製する際にポリマーと共に混合することも可能である。また、ドーブを調製した後、移送する際に静止型混合器などを用いてインライン混合することも可能である。なお、本発明において前記ポリマーと添加剤とを併せて固形分と称する。

【 0 0 1 9 】

〔ドーブの調製〕

前述した固形分（ポリマー及び添加剤）を前述した酢酸メチル系溶媒に仕込んだ後に、公知のいずれかの溶解方法により溶解させドーブを調製する。このドーブは濾過により異物を除去することが一般的である。濾過には濾紙、濾布、不織布、金属メッシュ、焼結金属、多孔板などの公知の各種濾材を用いることが可能である。濾過することにより、ドーブ中の異物、未溶解物を除去することができ、製品フィルム中の異物による欠陥を軽減することができる。

【 0 0 2 0 】

また、一度調製したドーブを加熱して、さらに溶解度の向上を図ることもできる。加熱には静置したタンク内で攪拌しながら加熱する方法、多管式、静止型混合器付きジャケット配管等の各種熱交換器を用いてドーブを移送しながら加熱する方法などがある。また、加熱工程の後に冷却工程を実施することもできる。また、装置の内部を加圧することにより、ドーブの沸点以上の温度に加熱することも可能である。これらの処理を行うことにより、微小な未溶解物を完全に溶解することができ、フィルムの異物の減少、濾過の負荷軽減をはかることができる。

【 0 0 2 1 】

本発明において、ドーブの固形分の重量百分率（ドーブ固形分濃度）は、15重量%～30重量%が好ましく、より好ましくは20重量%～25重量%である。15重量%未満であると、ドーブの固形分濃度が低すぎるため、ドーブから形成されるゲル膜が好ましいフィルム応力を有するまでに長時間必要になりコスト高になる場合がある。また、固形分濃度が低すぎるとドーブを流延した際に、ゲル膜が形成されない場合もある。また、30重量%を超えると、ドーブの粘度が

高くなりすぎてビードのレベリング効果（平滑化）が発現しにくくなり、均一なフィルムの形成が困難になる場合がある。

【 0 0 2 2 】

〔溶液製膜方法〕

図 1 は本発明に係る溶液製膜方法を実施するために用いられるフィルム製膜ライン 1 0 の概略図を示している。また、図 2 及び図 3 にフィルム製膜ライン 1 0 の要部概略図を示した。ミキシングタンク 1 1 内には、前述した方法で調製されたドープ 1 2 が仕込まれて、攪拌翼 1 3 で攪拌されて均一になっている。ドープ 1 2 は、ポンプ 1 4 により濾過装置 1 5 に送られて不純物が除去される。その後、一定の流量で流延室 2 0 内に設置されている流延ダイ 2 1 に送られる。流延ダイ 2 1 は、回転ドラム 2 2 上に配置している。回転ドラム 2 2 は、図示しない駆動装置により回転駆動する。回転ドラム 2 2 上に流延ダイ 2 1 からドープ 1 2 を流延して流延ビード 2 3 を形成する。なお、本発明において流延ビード 2 3 が回転ドラム 2 2 上に着地した位置を着地線（図 2 参照、なお図は、フィルムの走行方向に対して直交方向から示している点で記されている） 2 2 a と称する。流延ビード 2 3 は、支持体である回転ドラム 2 2 上でゲル化が進行してゲル膜 2 4 となる。ゲル膜 2 4 が回転ドラム 2 2 の走行に伴って移動すると、冷却されることによりさらにゲル化が進行する。ゲル膜 2 4 が剥取線（図 2 参照） 2 2 b に達すると、剥取ローラ 2 5 により回転ドラム 2 2 から剥ぎ取られ、フィルム 2 6 となる。なお、回転ドラム 2 2 の回転方向と逆向きに乾燥風 1 9 を送風機（図示しない）から送風することがより好ましい。

【 0 0 2 3 】

回転ドラム 2 2 には、図 3 に示すように支持体回転軸（以下、回転軸と称する） 4 0、4 1 が取り付けられ、それら回転軸 4 0、4 1 には軸受け 4 2、4 3 が取り付けられており、図示しない流延装置本体に設置されて回転駆動する。回転軸 4 0 と回転ドラム 2 2 と回転軸 4 1 とは、それら内部に媒体の流路（図示しない）が設けられている。その流路に不凍性熱媒体である冷却用媒体（以下、冷媒と称する） 4 4 が冷媒供給装置 4 5 から供給されることにより、回転ドラム 2 2 が冷却される。なお、本発明において回転ドラム 2 2 の表面温度が -10°C 以下

とすることが好ましく、より好ましくは -30°C 以下、最も好ましくは -50°C 以下まで冷却することである。しかしながら、本発明はそれらの温度範囲に限定されるものではない。

【0024】

冷媒44には、グリコール系冷媒、フッ素系冷媒、アルコール系冷媒などが用いられ、最も好ましくはフロリナート（登録商標）FC-77、HFE7100、コールドブライン（登録商標）FP60を用いることであるが、それら冷媒に限定されるものではない。また、本発明に用いられる回転ドラムの冷却方法は、必ずしも図3に示したように冷媒を通液させる方法に限定されるものではない。

【0025】

さらに、本発明に用いられる回転ドラム22は、低温脆性材料を用いて作製されたものを用いると低温冷却した際に、設備の衝撃、繰り返し荷重に対する体力が低下することを防止するためより好ましい。具体的には、SUS材、SLA材、STPL材などを用いて作製されたものが好ましいがこれらに限定されるものではない。

【0026】

図2に示すように流延ダイ21には、ビード背面23b側にガス供給装置27に接続されたガス管路27aが取り付けられていることが好ましい。ビード背面23bにガス管路27aを通してガス（以下、第1ガスとも称する）28を送風することで、ビード背面23bのガス濃度を低下させ、露点を下げることができる。これにより、回転ドラム22の表面の結露を防止することができ、フィルム26の面状品質を損なうことが抑制される。さらに、結露した回転ドラム22表面に結露が生じている場合、ゲル膜24を形成すると着地線22aから剥取線22bの間でゲル膜24が回転ドラム22から脱落し、連続運転に支障をきたす。本発明によれば、回転ドラム22表面の結露を防止できるので、ゲル膜24の脱落も防止できる。なお、ガス28は、窒素ガス、ヘリウムガスなど（通常、不活性ガスと呼ばれるもの）フィルムの特性に影響を及ぼさないものを用いることが好ましい。

【0027】

また、露点が回転ドラム 2 2 の表面温度より 1°C 以上低くなるようにガス 2 8 をガス供給装置 2 7 で温度調整した後に送風することが好ましい。なお、回転ドラム 2 2 表面の温度の測定は公知のいずれの装置を用いても良い（温度計の図示は省略している）。この温度差が 1°C 未満であると工程条件のわずかな変動によって、結露が発生してしまう。さらに、ガス 2 8 の風速を 0.5 m/s 以上 2 m/s 以下の範囲とすることが好ましい。風速が 0.5 m/s 未満では流延ビード 2 3 近傍のガス濃度を低下させる効果が少ない。また、風速が 2 m/s より大きいと流延ビード 2 3 に風ムラが発生する場合があり、フィルムの面状品質が低下することがある。また、第 1 ガス 2 8 の温度は、 $30^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$ の範囲であることが好ましい。しかしながら、本発明においてガス（第 1 ガス）の風速、温度は、他の実験条件を変更することにより、前述した範囲に限定されるものではない。

【 0 0 2 8 】

回転ドラム 2 2 表面に流延されたドープ 1 2 は冷却ゲル化によりゲル膜 2 4 の強度（フィルム強度）が増加して、さらに剥ぎ取りまでの間で乾燥が促進されることによってもゲル膜 2 4 の強度（フィルム強度）が増加する。剥取時におけるゲル膜 2 4 の延伸による応力（フィルム応力）が 45 万 Pa 未満では、フィルムとしての強度が不足し、剥ぎ取りに必要な自己支持性が得られない。本発明において、延伸による応力値としては 45 万 Pa 以上が好ましく、より好ましくは 60 万 Pa 以上であり、最も好ましくは 75 万 Pa 以上である。なお本発明において、フィルムの延伸による応力値は、ロードセルを用いた延伸により測定した値を用いる。

【 0 0 2 9 】

また、ゲル膜 2 4 をフィルム 2 6 として剥ぎ取る際、回転ドラム 2 2 の周速度（ V_0 ）と剥取ローラ 2 5 の周速度（ V_1 ）との速度比 V_1/V_0 を

1. $0.01 \leq (V_1/V_0) \leq 1.5$ の範囲とすることが好ましく、より好ましくは、 $1.002 \leq (V_1/V_0) \leq 1.3$ であり、最も好ましくは、 $1.005 \leq (V_1/V_0) \leq 1.2$ の範囲にすることである。

（ V_1/V_0 ）の比を前述した範囲にすることで、フィルム 2 6 に加わる延伸力

が増加し、剥ぎ取りが安定になる。速度比が 1. 0 0 1 未満ではフィルムの延伸力が不足して、剥取線 2 2 b が上昇し、フィルムを均一に剥ぎ取ることが困難になる。また、速度比が 1. 5 より大きいと揮発分の高い剥取直後のフィルム（軟膜フィルム）は急激な延伸により耳端部からの「ちぎれ」や「ツレシワ」といった問題が発生する場合がある。なお、本発明において速度比（ $V1/V0$ ）は前述した範囲に限定されるものではない。

【0030】

回転ドラム 2 2 と剥取ローラ 2 5 とのクリアランス C 1 を狭くすると、延伸速度が大きくなるため、延伸力が増加して、剥ぎ取りが安定する。しかしながら、クリアランス C 1 が 1 mm 未満であると、フィルムカスといった異物が挟まることでフィルムが切断してしまう場合がある。また、クリアランス C 1 が 1 0 0 mm より大きいとフィルムの延伸力を増加する効果が低減し、剥ぎ取り位置が上昇し、剥取が不安定になる場合がある。そこで、本発明において、クリアランス C 1 は、 $1\text{ mm} \leq C1 \leq 100\text{ mm}$ の範囲であることが好ましいが、この範囲に限定されるものではない。なお、本発明においてクリアランス C 1 とは、回転ドラム 2 2 と剥取ローラ 2 5 とを同一面に配置したとき、それぞれの中心を結ぶ線 a が、それぞれの外周と交わる交点の間隔を意味している。また、剥取ローラ 2 5 は、回転ドラム 2 2 の基準線（基準線とは、図示したように回転ドラムの中心から鉛直上方の線を意味している）b と中心線 a との角度 D が $45^\circ \sim 180^\circ$ が好ましく、より好ましくは $60^\circ \sim 120^\circ$ の位置に配置されていることである。

【0031】

回転ドラム 2 2 からゲル膜 2 4 の剥ぎ取りを容易にするために、回転ドラム 2 2 の表面張力とドープ 1 2 の表面張力との差が、 3×10^{-2} (N/m) 以上であると回転ドラム 2 2 が溶媒で濡れにくくなり、ゲル膜 2 4 と回転ドラム 2 2 との接触面積が少なくなる。これにより、剥ぎ取り時の剥離抵抗を低下できるため、剥ぎ取りが安定する。本発明において表面張力の測定方法は、公知のいずれの方法も用いることが可能である。また、本発明において、表面張力の差は前述したものに限定されるものではない。

【0032】

図 2 に示した剥取線 2 2 b とビード着地線 2 2 a との間の回転ドラム 2 2 上にはゲル膜 2 4 が存在していない。本発明では、この面を無ゲル膜面 2 2 c と称する。前述したように回転ドラム 2 2 は、その内に冷媒を供給して冷却している。そのため、この無ゲル膜面 2 2 c の表面温度が露点に達していると、この面に結露が生じる場合がある。また、回転ドラム 2 2 は無端で走行しているため水滴や凝縮溶媒が付着している面にドープ 1 2 が流延されると、製膜されるフィルムの面状の悪化を招くおそれが生じる。そこで、前記無ゲル膜面 2 2 c に送風機 2 9 を用いてガス（以下、第 2 ガスとも称する）3 0 を吹き付け、無ゲル膜面 2 2 c の温度を流延ビード 2 3 近傍の露点より 1℃以上高くすることで水滴、液化溶媒の付着を防止することができる。なお、前記ガス（第 2 ガス）3 0 の温度は 5 0℃～1 0 0℃、風速は 2 m/s ～1 0 m/s の範囲であることが好ましいが、本発明はそれらの範囲に限定されるものではない。

【0 0 3 3】

図 3 に示したように回転軸 4 0, 4 1 の内部にも冷媒 4 4 が通液されている。そのため、回転軸 4 0, 4 1 及び軸受け 4 2, 4 3 近傍の大気が冷却されて露点に達すると、その大気中に含まれている水蒸気が凝縮して水滴が生じる。また、流延室 2 0 内には、ドープ 1 2 から揮発した気化溶媒も含まれており、それら気化溶媒も液化して回転軸 4 0, 4 1 及び軸受け 4 2, 4 3 に付着する場合もある。付着が激しくなると、回転不良が生じ、連続フィルム製膜に支障をきたすおそれもある。そこで、本発明では、回転軸 4 0, 4 1 及び軸受け 4 2, 4 3 近傍に送風機 4 6, 4 7 を設けてガス（以下、第 3 ガスとも称する）4 8, 4 9 をそれぞれ回転軸 4 0, 4 1 及び軸受け 4 2, 4 3 に送風することで、回転軸 4 0, 4 1 及び軸受け 4 2, 4 3 に結露が生じることを防止することが可能となる。なお、送風するガス 4 8, 4 9 は、回転軸 4 0, 4 1 近傍の温度が露点以下とならない温度であれば特に限定されないが、具体的には 2 0℃～3 0℃の範囲が好ましい。また、風速は 2 m/s ～1 0 m/s の範囲であることが好ましいがこの範囲に限定されるものではない。また、本発明において送風機の実施形態は図 3 に示したものに限定されない。例えば図 3 では、回転軸 4 0, 4 1 それぞれに送風機 4 6, 4 7 を設置しているが、1 台の送風機を用いて回転軸 4 0, 4 1 の両軸に

ガスを送風しても良い。

【 0 0 3 4 】

本発明に係る溶液製膜方法を行う際に、流延室 2 0 内に流延ダイ 2 1 及び回転ドラム 2 2 等が備えられていると、流延ビード 2 3 にランダムな風があたる事が抑制され、面状が均一なフィルム 2 6 が得られるために好ましい。しかし、流延室内で結露が生じると、ゲル膜 2 4 表面に水滴などが付着してフィルムの表面にスジなどの欠陥が生じるおそれもある。液体が回転軸 4 0 , 4 1、軸受け 4 2 , 4 3 (図 3 参照)などに付着して凝結すると、回転ドラム 2 4 の回転数の制御が困難になる場合もある。また、全く動かなくなる場合さえある。そこで、流延室 2 0 内に気化溶媒を凝縮して回収する回収装置 3 1 を備えていることが好ましい。

【 0 0 3 5 】

回収装置 3 1 は、流延室 2 0 内の大気に含まれている水蒸気やゲル膜 2 4 中の溶媒が気化した気化溶媒を凝縮させる凝縮面 3 1 a を備えている。凝縮面 3 1 a の温度は、ドープ 1 2 を構成している溶媒の種類などにより規定され特に限定されるものではない。しかしながら、本発明においては、フィルム 2 6 の表面温度より 1℃以上低くすることが好ましく、より好ましくはフィルム 2 6 の表面温度より 1℃～20℃低くすることが好ましい。温度差が 1℃未満であると流延している工程の条件がわずかに変動した際に、フィルム 2 6 表面に水滴などの液体が付着するおそれがある。また、20℃より低くするとコストの点で不利である。なお、本発明において、フィルム表面温度とは、図 2 に示した測定点 2 6 a の近傍に非接触式の温度計 3 2 を用いて測定することが好ましいが、温度測定方法はそれに限定されるものではない。また、温度計 3 2 で測定された温度に基づいて回収装置 3 1 がその凝縮面 3 1 a の温度を調整することがより好ましい。

【 0 0 3 6 】

フィルム 2 6 を更に乾燥させるため、流延室 2 0 の下流側にテンタ室 6 0 と乾燥室 6 1 とが設置されている(図 1 参照)。テンタ室 6 0 のテンタ乾燥機 6 2 によりフィルムの幅方向を延伸しながら乾燥すると、フィルム 2 6 の面状を均一にするために好ましい。さらに、多数のローラ 6 3 が配置されている乾燥室 6 1 に

フィルム 2 6 が送り込まれる。フィルム 2 6 は、それらローラ 6 3 に巻きかかりながら搬送されながら乾燥される。さらに、冷却室 6 4 でフィルム 2 6 は室温程度まで冷却することが好ましい。その後に巻取機 6 5 で巻き取ることが好ましい。なお、本発明において巻き取られる前に、耳切りが行われたり、ナーリングが付与されたりしても良い。また、本発明にかかる溶液製膜方法に用いられるフィルム製膜ライン 1 0 は、図 1 ないし図 3 に示したものに限定されるものではない。

【 0 0 3 7 】

本発明の溶液製膜方法は、剥ぎ取る際のフィルム応力が大きいため $20\ \mu\text{m}$ ～ $120\ \mu\text{m}$ の範囲の厚さに製膜されたフィルム（薄手のフィルム）の製膜方法に最も適している。なお、フィルムの厚さは $20\ \mu\text{m}$ ～ $65\ \mu\text{m}$ がより好ましく、最も好ましくは $20\ \mu\text{m}$ ～ $45\ \mu\text{m}$ のフィルムの製膜に、本発明の溶液製膜方法を適用することである。

【 0 0 3 8 】

前述したフィルム 2 6 は、偏光板保護膜などの光学用フィルムとして用いることができる。この偏光板保護膜をポリビニルアルコールなどから形成された偏光膜の両面に貼付することで偏光板を形成することができる。さらに、上記フィルム上に光学補償シートを貼付した光学補償フィルム、防眩層をフィルム上に形成した反射防止膜などの光機能性膜として用いることもできる。これら製品からは、液晶表示装置の一部である液晶表示板を構成することも可能である。

【 0 0 3 9 】

図 1 では、1 種類のドーブを単層で流延した形態を示したが、本発明は図示した形態に限定されるものではない。例えば、流延ダイの上流側にフィードブロックを取り付け、多数のドーブをそのフィードブロックに送り込み、フィードブロック内で、それらのドーブを合流させて流延する共流延法などにも適用することが可能である。また、図では回転ドラム 2 2 を支持体とした図示した。しかしながら、本発明は図示した形態に限定されずに、例えば回転ローラによって無端走行する流延ベルト上にドーブを流延する溶液製膜方法にも適用することが可能である。

【 0 0 4 0 】

【実施例】

以下、実施例を挙げて本発明を詳細に説明するが、本発明の態様はこれに限定されない。始めに、実験に用いるドーブの調製方法を説明する。実験 1 では、ゲル膜の回転ドラムからの剥取安定性について行った。実施例 1 について実験条件を詳細に説明して、その他の実施例 2 ないし実施例 5 及び比較例 1 の各実験条件で実施例 1 と同じ箇所は説明を省略した。各実験条件及び結果については後に表 1 にまとめて示す。次に、フィルム及び回転ドラムへの結露の発生の有無について、実験 2 を行った。実験 2 で実験 1 と同じ条件については説明を省略する。また、実験 2 の実験条件の説明は実施例 6 で詳細に説明する。実施例 7 及び比較例 5 ないし比較例 7 について、実施例 6 と同じ箇所は説明を省略し、後に各実験条件及び結果について表 2 にまとめて示す。

【 0 0 4 1 】

[ドーブの調製]

ドーブは、酢酸メチル（85 重量%），アセトン（5 重量%），エタノール（5 重量%），*n*-ブタノール（3 重量%）の組成比の混合溶媒に、溶質としてセルローストリアセテート（酢化度 59.6%）26.8 重量部、トリフェニルフォスフェート（TPP）2.1 重量部、ビフェニルジフェニルフォスフェート（BDP）1.1 重量部を用いて公知の方法により調製した。このドーブの 30℃ 粘度は、100 Pa・s であり、-5℃ 貯蔵弾性は、12000 Pa であり、固形分濃度は 23 重量%であった。なお、本発明において溶質の重量部とは、混合溶媒を 100 重量部とした場合の重量比を意味している。

【 0 0 4 2 】

<実験 1>

[実施例 1]

フィルム製膜ライン 10 を用いてフィルムの製膜を行った。流延ダイ 23 にはコートハンガー型ダイを用いた。また、支持体である回転ドラム 22 の表面粗さが 0.04 S になるように鏡面仕上げをした。回転ドラム 22 に冷媒供給装置 45 から冷媒を供給することで、その表面温度を -20℃ に保持した。また、周速

度の比 ($V1/V0$) を 1.1 とするために、回転ドラムの周速度 $V0$ (流延速度) を 100 m/min とし、剥取ローラ 25 の周速度 $V1$ を 110 m/min とした。回転ドラム 22 と剥取ローラ 25 とのクリアランス $C1$ は、 5 mm とした。また、第 1 ガス 28 は風速 1 m/s 、温度 35°C 、第 2 ガス 30 は風速 5 m/s 、温度 80°C 、第 3 ガス 48、49 は風速 5 m/s 、温度 25°C としたものを吹き付けた。

【0043】

前述した条件に設定した後に、 30°C のドープ 12 を乾燥後のフィルム 26 の膜厚が $80\text{ }\mu\text{m}$ となるように回転ドラム 22 上に流延した。ゲル膜 24 を剥取ローラ 25 で剥ぎ取る際のフィルム応力を前述した測定方法により測定したところ、 50 万 Pa であった。また、剥ぎ取り時にゲル膜 24 を目視で観察したところ、剥ぎ残り、剥取位置の上昇は全く見られなかった (◎)。さらに、このフィルム 26 をテンタ乾燥機 62 で 135°C 、3 分間乾燥した後に、 135°C の乾燥ゾーン 61 で 10 分間乾燥した後、 80°C の冷却室 64 で 1 分間冷却した。最後に、巻取機 65 で巻き取った。さらに、目視でフィルム 26 の表面を観察したところ、極めて平滑性が良いことが分かった。

【0044】

[実施例 2 ないし実施例 5]

表 1 に示した実験条件以外は、実施例 1 と同じ条件で製膜したところ、実施例 2 の実験は剥ぎ取り性は極めて良好 (◎) であり、実施例 3 ないし実施例 5 では、剥ぎ残り、剥取位置の上昇が若干見られたが、フィルムの連続製膜には影響を及ぼさない程度であった (○)。

【0045】

[比較例 1]

表 1 に示した実験条件以外は、実施例 1 と同じ条件で製膜した。比較例 1 の剥取性は、支持体である回転ドラム 22 上に剥ぎ残りが生じ、剥取位置も高く不安定になった (×)。

【0046】

【表 1】

	流延速度 V0 (m/min)	回転ドラム温度 (°C)	剥ぎ取り時のフィルム応力 (Pa)	周速度比 (V1/V0)	回転ドラムとのクリアランス C1 (mm)	表面エネルギー差 (N/m)	剥取評価
実施例1	100	-20	50万	1.1	5	4.0×10^{-2}	◎
実施例2	150	-15	60万	1.1	5	3.7×10^{-2}	◎
実施例3	50	-30	60万	1.0008	5	4.5×10^{-2}	○
実施例4	80	-30	60万	1.08	110	4.5×10^{-2}	○
実施例5	80	-60	45万	1.08	5	2.8×10^{-2}	○
比較例1	100	-5	35万	1.0008	110	2.5×10^{-2}	×

剥取評価 …剥取点上昇と剥ぎ残りいずれも無し(◎)

…剥取点上昇と剥ぎ残りが生じたが製膜に影響無し(○)

…剥取点上昇あり，剥ぎ残りあり(×)

【0047】

<実験2>

【実施例6】

フィルム製膜には実施例1と同じ回転ドラム22を用いた。また、回転ドラム

22に冷媒供給装置45から冷媒を供給することで、その表面温度を -30°C に保持した。回転ドラムの周速度 V_0 （流延速度）を 80 m/min とし、剥取ローラ25の周速度 V_1 を 86.4 m/min として、周速度の比（ V_1/V_0 ）を1.08とした。回転ドラム22と剥取ローラ25とのクリアランス C_1 は、 80 mm とした。

【0048】

実施例6では、 35°C の第1ガス28を風速 0.8 m/s で吹き付け、また、フィルムの乾燥風19の露点が -32°C となるように溶媒凝縮回収装置31を設定した。さらに、回転軸40、41及び軸受け部42、43に乾燥風露点が -32°C の第3ガス48、49を風速 10 m/s で吹き付けた。

【0049】

フィルムの製膜は、 30°C のドープ12を用い、流延速度 V_0 を 80 m/min とし、乾燥後のフィルムの膜厚が $80\text{ }\mu\text{m}$ となるように行った。なお、流延ビード背面23bのガス濃度をガスクロマトグラフィーにより測定したところ、 0.7 体積%であった。また、無ゲル膜面22cの温度を非接触型温度センサにより測定したところ -30°C であった。ゲル膜24を回転ドラム22から剥ぎ取る際のフィルム応力は、 60 万Pa であった。回転ドラム22の表面に結露は見られず（○）、また、製膜されたフィルム表面に水滴や液化溶媒の付着も見られなかった（○）。

【0050】

[実施例7]

表2に示した実験条件以外は、実施例6と同じ条件で製膜したところ、回転ドラム22の表面に結露は見られず（○）、また、製膜されたフィルム表面に結露が生じていなかった（○）。さらに、フィルムの表面平滑性も良好であった。

【0051】

[比較例5ないし比較例7]

表2に示した実験条件以外は、実施例6と同じ条件で製膜した。比較例5では、回転ドラム22表面には結露が生じ（×）、フィルム表面には結露が生じなかった（○）。比較例6も回転ドラム22表面には結露が生じ（×）、フィルム表

面には結露が生じなかった（○）。比較例 7 では、回転ドラム 2 2 表面には結露が生じなかった（○）が、フィルム表面に結露が生じた（×）。いずれの実験でも、回転ドラム表面またはフィルムの少なくともいずれかに結露が生じ（×）、連続運転に支障をきたした。また、製膜したフィルムを目視により確認したところ、結露による表面平滑性が劣るフィルムしか得られなかった。

【0 0 5 2】

【表 2】

	ビード近傍ガス濃度 (vol%)	第 1 ガス風速 (m/s)	無ゲル膜面温度 (℃)	第 2 ガス風速 (m/s)	凝縮回収された後の 乾燥風の露点 (℃)	回転ドラム結露	フィルム結露
実施例 6	0.7	0.8	-30	—	-32	○	○
実施例 7	10	—	20	8	-32	○	○
比較例 2	1	0.2	-30	—	-32	×	○
比較例 3	10	—	-30	—	-32	×	○
比較例 4	10	—	20	8	-25	○	×

—…ガス吹き付け無し

○…結露が生じない

×…結露が生じた

【0 0 5 3】

【発明の効果】

以上のように本発明の溶液製膜方法によれば、ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、前記支持体の表面温度を -10°C 以下にするので、ゲル膜

のフィルム強度が高まり面状に優れたゲル膜を得ることが可能となり、前記ゲル膜から形成されたフィルムは表面平滑性に優れたものであった。

【 0 0 5 4 】

以上のように本発明の溶液製膜方法によれば、ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、

(1) 前記ビード背面に第 1 ガスを送風し、前記ビードが前記支持体に着地する近傍の溶媒ガス濃度を低下させ、露点を前記支持体温度より 1 ℃ 以上低くする。

(2) 前記支持体の走行方向であって、前記ゲル膜を剥ぎ取った線と前記ビードが着地した線との間の無ゲル膜面に第 2 ガスを吹き付けて、前記無ゲル膜面の温度を上昇させる。

(3) 溶媒ガスを凝縮回収する工程を含み、前記工程で前記溶媒ガスを凝縮回収する際の温度を、フィルム表面温度より 1 ℃ 以上低くする。

前記 (1) ないし (3) の少なくともいずれか 1 つを行うことで、前記溶媒に酢酸メチル系溶媒を用いたドープを冷却流延法により流延しても、前記支持体表面、フィルムに結露が生じることが抑制され、前記フィルムの面状を損なうことがない。また、工程条件に若干の変動が生じて、結露が発生することが抑制され前記フィルムの面状を損なうことがない。

【 0 0 5 5 】

以上のように本発明の溶液製膜方法によれば、ポリマーと溶媒とを含むドープを支持体上に流延ダイを用いてビードを形成させて流延し、自己支持性を有するゲル膜とした後にローラにより前記支持体から剥ぎ取り、フィルムを製膜する溶液製膜方法において、前記支持体に冷媒を支持体回転軸から送る際に、前記支持体回転軸近傍の温度が露点以下とならないように、第 3 ガスを前記支持体回転軸に吹き付けるから、前記溶媒に酢酸メチル系溶媒を用いたドープを冷却流延法により流延しても、前記支持体の軸受け部における凍結を防止して回転不良の発生を抑制できる。さらに、前記 (1) ないし (3) の少なくとも 1 つの方法を組み合わせることにより、フィルムの面状が良好なものが得られる。さらに好ましく

は前記（１）ないし（３）の全てと組み合わせた溶液製膜方法を行うことで、より面状に優れたフィルムを得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明に係る溶液製膜方法に用いられるフィルム製膜ラインの概略図である。

【図 2】

図 1 に示したフィルム製膜ラインの要部拡大概略図である。

【図 3】

図 1 に示したフィルム製膜ラインの要部拡大概略図である。

【符号の説明】

1 0 フィルム製膜ライン

2 1 流延ダイ

2 2 回転ドラム

2 2 a 着地線

2 2 b 剥取線

2 2 c 無ゲル膜面

2 3 流延ビード

2 3 b 流延ビード背面

2 4 ゲル膜

2 5 剥取ローラ

2 6 フィルム

2 8, 3 0, 4 8, 4 9 ガス

3 1 回収装置

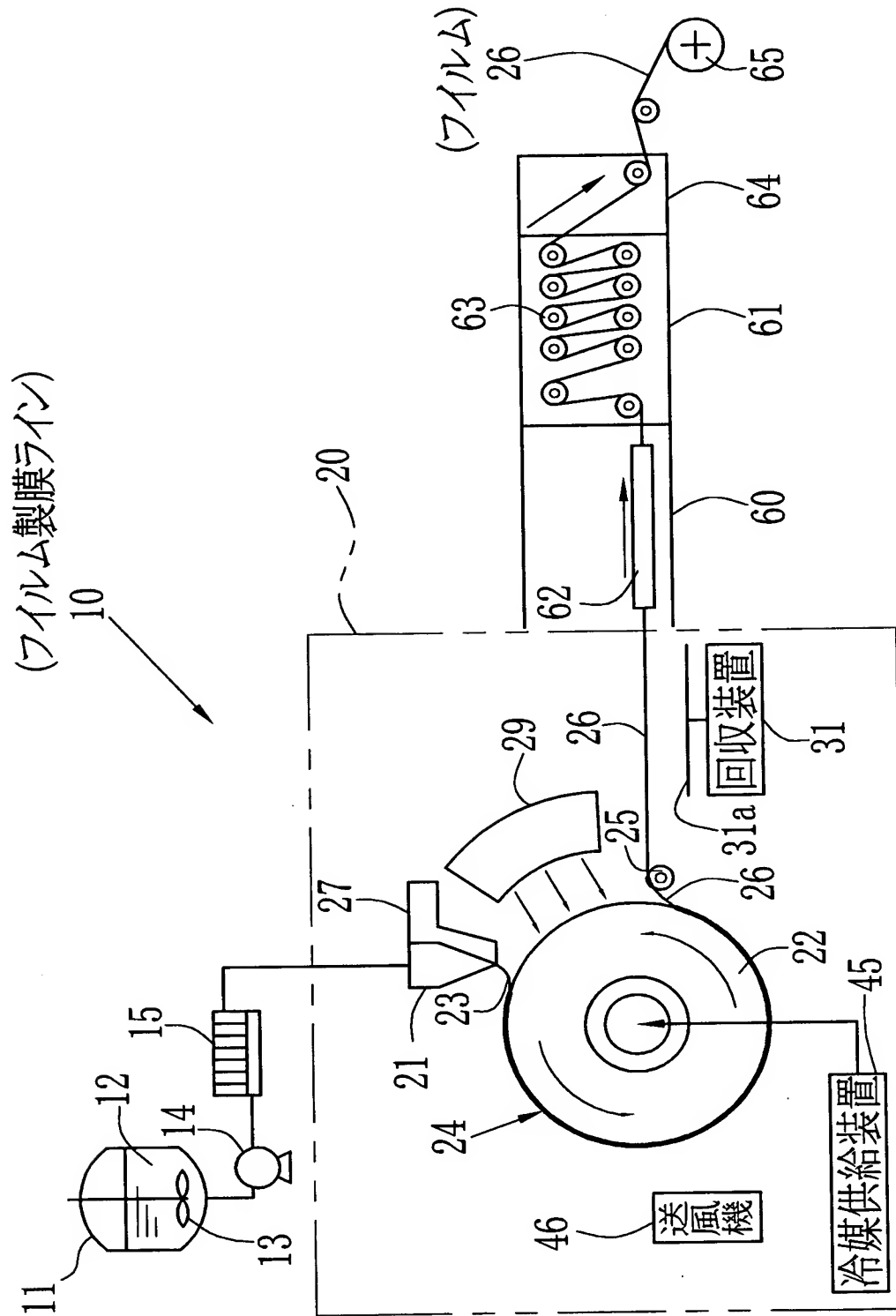
4 0, 4 1 支持体回転軸

4 2, 4 3 軸受け

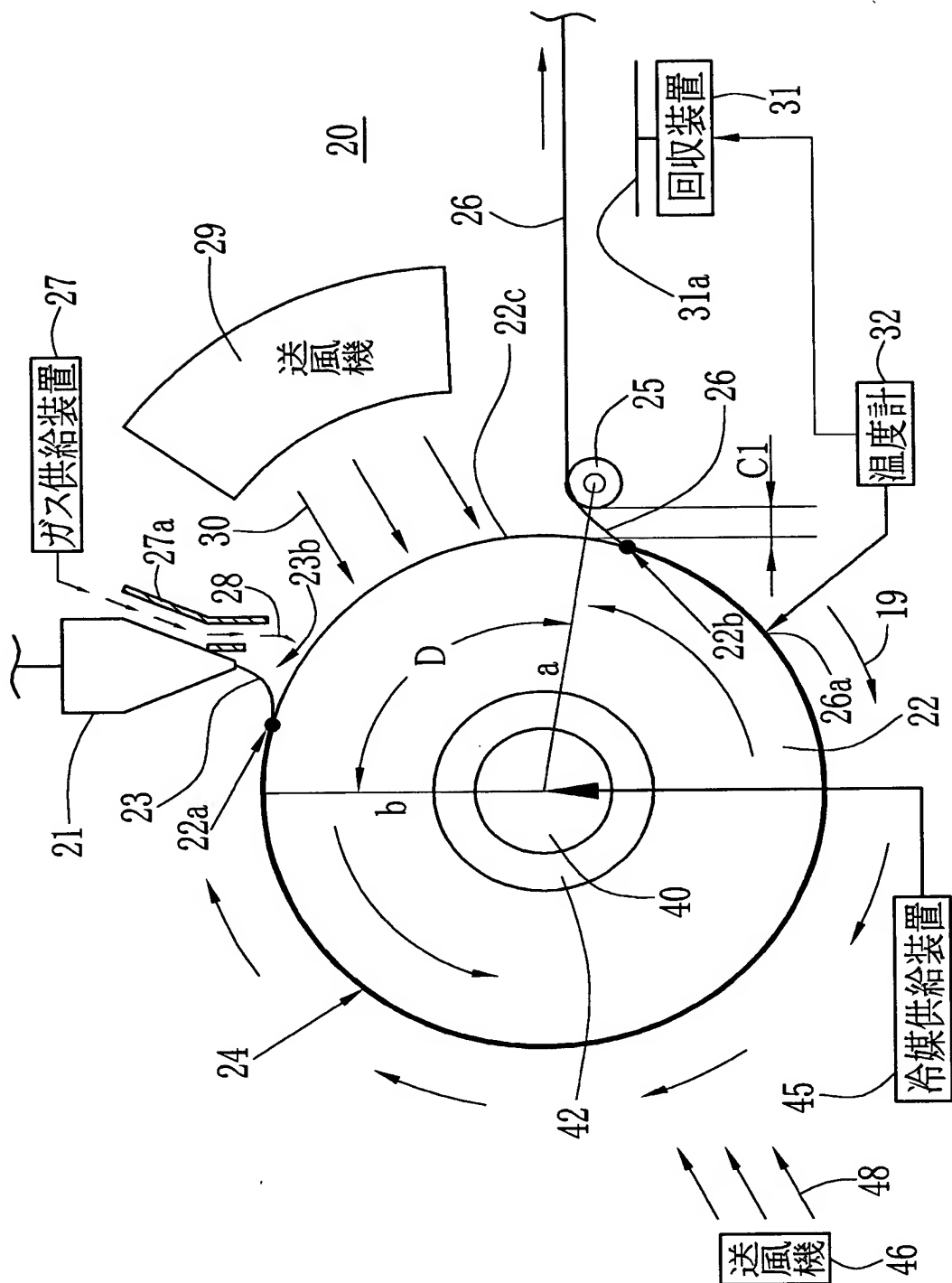
4 4 冷媒

【書類名】 図面

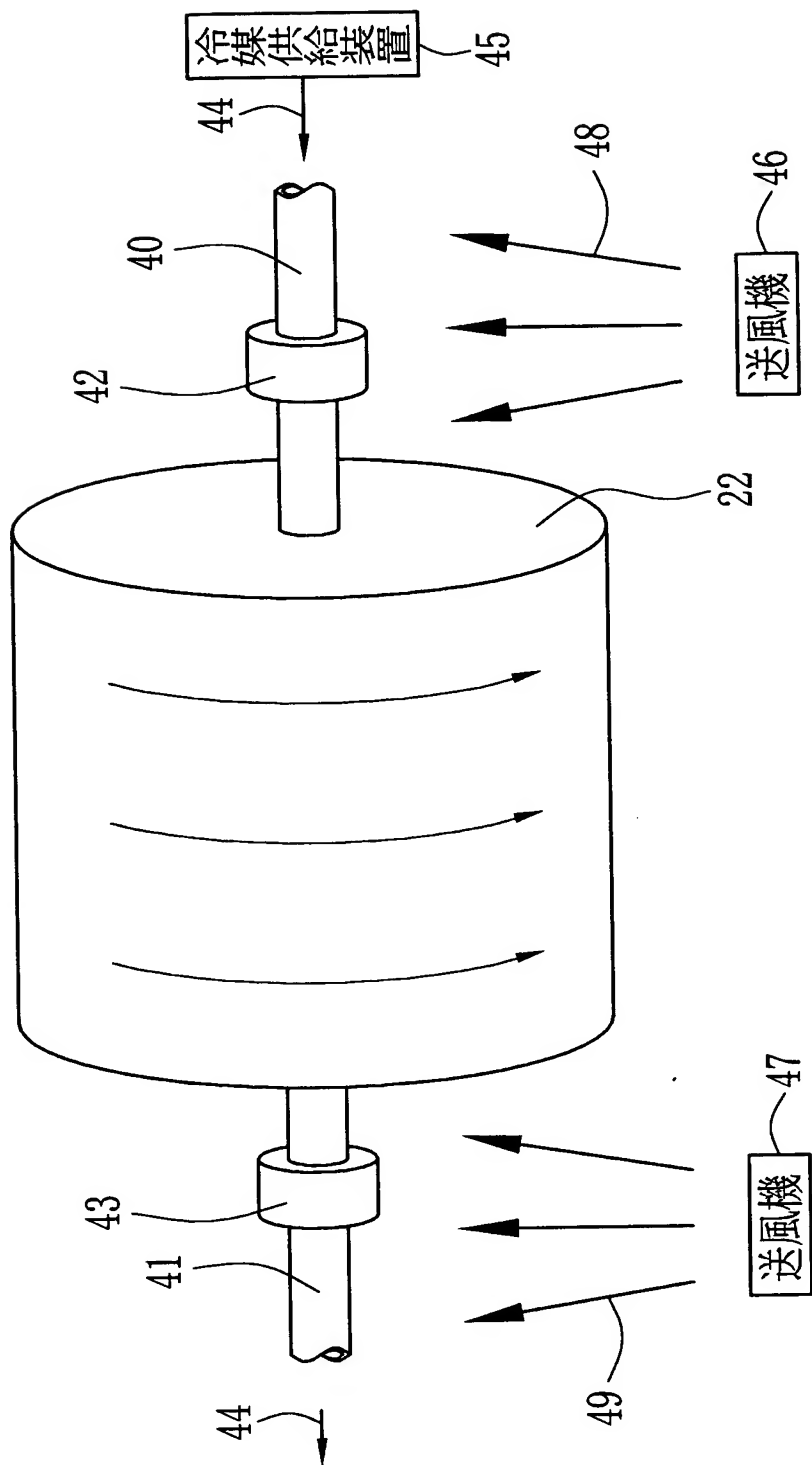
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 支持体からゲル膜を安定かつ連続的に剥ぎ取り、流延速度を向上させて薄手のフィルムを得る。

【解決手段】 回転ドラム 2 2 の表面を -10°C 以下の温度まで冷媒供給装置 4 5 により冷媒を通液して冷却する。流延ダイ 2 1 を用いてドープを回転ドラム 2 2 上に流延する。ビード 2 3 形成した後に着地線 2 2 a で回転ドラム 2 2 上に流延され、ゲル膜 2 4 を形成する。ゲル膜 2 4 のゲル化を進行させて自己支持性を有した後に、剥取線 2 2 b で剥取ローラ 2 5 により剥ぎ取りフィルム 2 6 を得る。流延室 2 0 内の装置に結露が生じることを抑制するために、ビード背面 2 3 b , 剥取線 2 2 b から着地線 2 2 a の間の面 2 2 c , 支持体回転軸 4 1、軸受け 4 2 にガス 2 8 , 3 0 , 4 8 を吹き付け、各雰囲気中の大気が露点に達することを防ぎ、結露を防止する。

【選択図】 図 2

特 2 0 0 2 - 2 6 4 3 1 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 5 2 0 1]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 8 月 1 4 日
[変更理由]	新規登録
住 所	神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地
氏 名	富士写真フイルム株式会社